

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-104972

(43)Date of publication of application : 23.04.1996

(51)Int.Cl. C23C 8/26  
C23C 8/02

(21)Application number : 06-263111

(71)Applicant : NIPPON LIGHT METAL CO LTD

(22)Date of filing : 03.10.1994

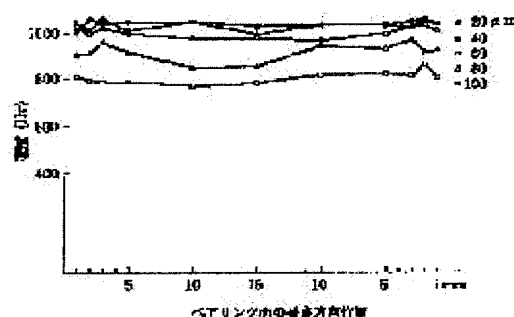
(72)Inventor : OHIRA SHIGEO  
KAWAI TOSHIO  
TAKAZAWA REIKO

## (54) GAS NITRIDING METHOD OF STEEL DIE FOR EXTRUSION MOLDING OF ALUMINUM

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a steel die for extrusion molding of aluminum having a bearing surface subjected to a nitriding treatment with a uniform hardness distribution.

CONSTITUTION: A steel die blank formed with narrow slits is formed of a tool steel. The steel die blank packed with a polyvinyl chloride(PVC) resin in the slits is housed into a hermetic vessel and is kept at a high temp. of  $\geq 400^{\circ}\text{C}$  to thermally decompose the PVC. After the inside wall surfaces of the slits are cleaned by the gases formed by the thermal decomposition, the atmosphere in the hermetic vessel is substd. with the nitriding atmosphere and the blank is subjected to the nitriding treatment. As a result, the halogen and halogen hydride formed by the thermal decomposition of the PVC are filled in the slits and the bearing surface is cleaned. The nitriding reaction is thus made uniform over the entire area of the bearing surface.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-104972

(43) 公開日 平成8年(1996)4月23日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

C 2 3 C 8/26

8/02

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数5 F D (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平6-263111

(22) 出願日 平成6年(1994)10月3日

(71) 出願人 000004743

日本軽金属株式会社

東京都港区三田3丁目13番12号

(72) 発明者 大平 重男

静岡県庵原郡蒲原町蒲原1丁目34番1号

株式会社日軽技研内

(72) 発明者 川合 利雄

静岡県庵原郡蒲原町蒲原1丁目34番1号

株式会社日軽技研内

(72) 発明者 高澤 令子

静岡県庵原郡蒲原町蒲原1丁目34番1号

株式会社日軽技研内

(74) 代理人 弁理士 小倉 亘

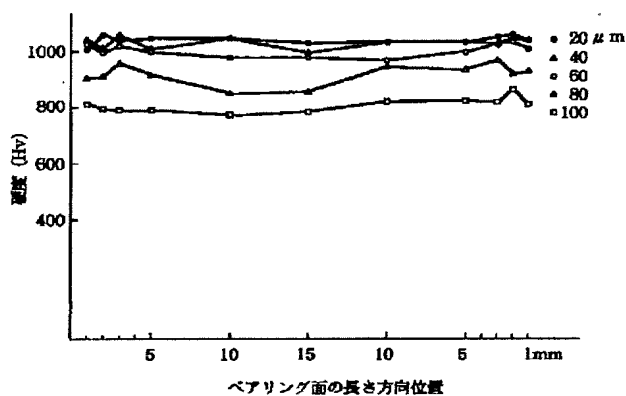
(54) 【発明の名称】 アルミニウム材押し加工用鋼製ダイスのガス窒化方法

(57) 【要約】

【目的】 均一な硬度分布で窒化処理されたベアリング面をもつアルミ押し成形用鋼製ダイスを得る。

【構成】 狭隘なスリットが形成された鋼製ダイス素材を工具鋼で作成し、スリットに塩化ビニル樹脂を充填した鋼製ダイス素材を密閉容器に收容し、400℃以上の高温に保持して塩化ビニル樹脂を熱分解させ、分解生成ガスでスリット内壁面をクリーニングした後、密閉容器を窒化性雰囲気置換して窒化処理する。

【効果】 塩化ビニル樹脂の熱分解によって生成したハロゲン、ハロゲン水素化物がスリットに充満し、ベアリング面をクリーニングし、窒化反応をベアリング面全域にわたり均一化させる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 狭隘なスリットが形成された鋼製ダイス素材を工具鋼で作成し、スリットに塩化ビニル樹脂を充填した鋼製ダイス素材を密閉容器に収容し、400℃以上の高温に保持して塩化ビニル樹脂を熱分解させ、分解生成ガスでスリット内壁面をクリーニングした後、密閉容器を窒化性雰囲気中に置換して窒化処理するアルミニウム材押出し加工用鋼製ダイスのガス窒化方法。

【請求項2】 塩化ビニル樹脂として包装用ポリ塩化ビニルフィルム又はシート、或いは塩化ビニル樹脂系接着剤を使用する請求項1記載のガス窒化方法。

【請求項3】 400～500℃に30～60分間保持することにより、塩化ビニル樹脂を熱分解させる請求項1記載のガス窒化方法。

【請求項4】 窒化性雰囲気がNH<sub>3</sub>とN<sub>2</sub>との混合ガスである請求項1～3の何れかに記載のガス窒化方法。

【請求項5】 窒化性雰囲気中で鋼製ダイス素材を500～570℃に3～12時間加熱する請求項1～4の何れかに記載のガス窒化方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、アルミ押出し用ダイス等の鋼製ダイスの表面に均質な硬質層をガス窒化処理で形成する方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 安定な窒化物を形成するCr、Mo等の合金元素を含む鋼材は、窒化処理によって著しく硬化する。鋼材表面に形成された窒化層は、ビッカース硬さで100～1300に達し、耐摩耗性に富み、高温硬さが高く、再加熱によっても硬さの低下が少ない。このようなことから、アルミの押出し等に使用される熱間加工用ダイスには、Crを含む熱間工具鋼を使用し、窒化処理によって表面硬化させている。窒化処理には、塩浴窒化、ガス窒化等がある。塩浴窒化は、短時間の処理で窒化層が形成され、しかも低コストである。しかし、処理温度が550～570℃と高く、環境に悪影響を与えるシアン系の塩浴を使用することから、ガス窒化が主流となってきている。

【0003】 ガス窒化では、アンモニアの気流中で鋼材を500～570℃に10～100時間加熱した後、徐冷する。アンモニアは高温域で分解し、反応性の強い発生基のN及びHとなり、Fe、Cr等の金属元素と化合して窒化物を作り、硬質の窒化層となる。処理温度が570℃以下であることから母材の損耗が少なく、焼入れの必要がないため処理後の鋼材に変形が少ない。ガス窒化処理された鋼材表面の硬化層は、最表面に数μm程度のFe<sub>2</sub>N相を主成分とする白層が形成されている。白層は、耐食性にも優れているが、比較的脆く、厚く成長したものは外力が加わったときに割れや剥離を起こしやすい。白層の割れや剥離は、白層の厚みを小さくするこ

とにより抑制される。白層を薄く成長させる方法としては、通常、ガス窒化を短時間で行う第1段階に続いて高温、高NH<sub>3</sub>解離度で窒化する2段階窒化が採用されている。

【0004】 しかし、ガス窒化は、塩浴窒化に比較して処理時間が長く、窒化処理層が浅い欠点がある。また、雰囲気中のNと結合して硬質化合物となるCr、Al、Mo、V等を含む窒化用鋼は、窒化処理前の状態で比較的強固な酸化皮膜が表面に形成されている。酸化皮膜は、母材表面にNが侵入することを抑制し、硬質窒化層を浅くするばかりでなく、酸化皮膜で覆われていない部分との間で窒化反応の難易度に相違が生じる。その結果、鋼材表面に形成された窒化層が不均質になり、製品の品質安定性が低下する。表面の酸化皮膜は、鋼材表面に反応性の高いハロゲンガスを接触させることにより除去される。たとえば、特公昭45-39925号公報、特公昭45-25966号公報等で紹介されているように、塩化ビニル樹脂(CH<sub>2</sub>CHCl)の分解生成ガスで処理するとき、鋼材表面がクリーニングされる。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 アルミニウム材の押出し加工に使用される鋼製ダイスは、押出し型材の目標形状に対応したスリットが形成されている。スリットを区画するベアリング面は、押出し中に最も過酷な環境に曝され、損耗の激しい箇所である。従来法に従って、樹脂の分解生成ガスでベアリング面をクリーニングすると、幅狭のスリットにあっては十分な量の分解生成ガスが侵入せず、分解生成ガスとの接触反応が十分に行われな。その結果、ベアリング面が十分にクリーニングされず、必要とする高度をもった硬質層がベアリング面に形成されない。本発明は、このような問題を解消すべく案出されたものであり、スリットとなる空間部に塩化ビニル樹脂を詰め込むことにより、ベアリング壁面を優先的にクリーニングし、高度が高く且つ均質な窒化層をベアリング面に形成し、耐久性に優れた押出し加工用鋼製ダイスを得ることを目的とする。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明のガス窒化方法は、その目的を達成するため、狭隘なスリットが形成された鋼製ダイス素材を工具鋼で作成し、スリットに塩化ビニル樹脂を充填した鋼製ダイス素材を密閉容器に収容し、400℃以上の高温に保持して塩化ビニル樹脂を熱分解させ、分解生成ガスでスリット内壁面をクリーニングした後、密閉容器を窒化性雰囲気中に置換して窒化処理することを特徴とする。塩化ビニル樹脂としては、熱分解後に残渣を残さないものが好ましく、包装用ポリ塩化ビニルフィルム又はシート、或いは塩化ビニル樹脂系接着剤等の1種または2種以上が使用される。この塩化ビニル樹脂をスリットに充填し400～500℃に30～60分間保持するとき、塩化ビニル樹脂の熱分解によ

てハロゲンやハロゲン水素化物が発生し、スリットの内壁面がクリーニングされる。クリーニング後、密閉容器の雰囲気を $\text{NH}_3 + \text{N}_2$ 等に置換し、 $500 \sim 570^\circ\text{C}$ に3～12時間加熱する。このとき、スリット内壁面がクリーニングされた活性状態にあるため、窒化反応が迅速に且つ均一に進行し、良質の硬質窒化膜が形成される。

#### 【0007】

【作用】塩化ビニル樹脂を高温加熱すると、 $200^\circ\text{C}$ 付近で分解反応が開始し、ハロゲンガス、ハロゲン水素化物等のガスが発生する。しかし、塩化ビニル樹脂で鋼製ダイス素材を単にラッピングして加熱するだけでは、狭隘なスリットに持ち込まれるハロゲンガス、ハロゲン水素化物等の分圧が不足し、所期のクリーニング作用が得られない。この点、本発明にあっては、スリットに塩化ビニル樹脂を詰め込んでいるので、分解生成ガスがスリット内に暫定的に充満し、クリーニング作用に必要な分圧が得られる。また、分解反応終了後にはスリット内に分解残渣が残らないため、後続する窒化処理工程に悪影響を与えることがない。したがって、雰囲気を窒化性とするにより、分解生成ガスによってクリーニングされたベアリング面が均一に窒化処理される。その結果、ベアリング面に均質な窒化膜が形成され、品質が高位に安定した押出し加工用鋼製ダイスが得られる。塩化ビニル樹脂の熱分解により塩化水素を発生させるため、 $200^\circ\text{C}$ 以上の温度で塩化ビニル樹脂を加熱する必要がある。しかし、 $500^\circ\text{C}$ を越える温度に加熱すると、 $\text{NH}_3$ が分解し易くなる。したがって、塩化ビニル樹脂の熱分解は、 $\text{NH}_3$ の導入を伴う窒化の前処理として $500^\circ\text{C}$ 以下で行う必要がある。

#### 【0008】

【実施例】工具鋼SKD61を押出し加工用ダイス形状に成形し、スリット厚みが0.3mm、0.5mm及び1mmで、ベアリング長さが30mmのスリットを形成した。シート状の塩化ビニル樹脂を細かく裁断したものをスリットに詰め込み、密閉容器に装入した。密閉容器内で工具鋼を $500^\circ\text{C}$ に40分間加熱することによって塩化ビニル樹脂を熱分解し、分解生成ガスでスリットの内壁面をクリーニングした。加熱後のスリットには、分解残渣は全く見られなかった。次いで、容器内の雰囲気を $\text{NH}_3 + \text{N}_2$ の混合ガスに代え、昇温速度 $100^\circ\text{C}/\text{時}$ で $550^\circ\text{C}$ まで昇温し、 $550^\circ\text{C}$ に6時間保持した後、放冷した。常温まで降温した段階で、窒化処理され

た工具鋼を密閉容器から取り出した。

【0009】窒化処理された工具鋼について、図1に示すようにスリットの長さ方向及びベアリング面の深さ方向に関して複数の測定点でベアリング面の硬度を測定した。スリット厚み0.3mmのベアリング面では、図2に示すように、ベアリング面の長手方向に関してほぼ均一の硬度分布になっていた。また、スリット厚みが0.5mm及び1mmのものでも、同様に均一な硬度分布をもつベアリング面が窒化処理後に得られた。比較のため、同じスリット厚み0.3mmを持つ鋼製ダイスを、スリットに塩化ビニル樹脂を詰め込むことなく同一条件下でガス窒化した。窒化処理後のベアリング面は、図3に示すようにスリット両側に位置するベアリング面の硬度が低下していた。この対比から明らかなように、スリットに充填した塩化ビニル樹脂を熱分解させ、分解生成ガスによってベアリング面が均質にクリーニングされ、後続する窒化処理工程で硬度分布が一定した窒化膜が生成することが判る。窒化処理された鋼製ダイスは、部分的に硬度が不足することなくベアリング面が均一に硬質化されているため、品質が高位に安定し、耐久性に優れたものとなる。

#### 【0010】

【発明の効果】以上に説明したように、本発明においては、狭隘な間隙をもつスリットに塩化ビニル樹脂を充填した状態で加熱することにより、塩化ビニル樹脂の熱分解で生じたハロゲンやハロゲン水素化物でベアリング面をクリーニングした後、窒化処理によって均質な硬質膜を形成している。この方法によると、クリーニング不足等に起因した窒化不良な部分が生じることなく、均質な硬度分布にベアリング面を硬質化することが可能となる。そのため、窒化処理された鋼製ダイスは、高位に安定した品質をもち、耐久性に優れたダイスとしてアルミニウム材料の熱間押出しに使用される。また、この鋼製ダイスを使用して熱間押出しするとき、ベアリング面の硬度が高いことから、長期間に渡って形状精度に優れた押出し成形品が得られる。

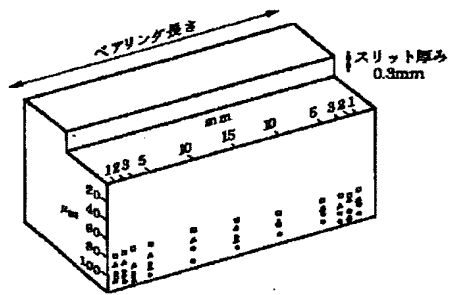
#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 鋼製ダイスの硬度を測定した測定点

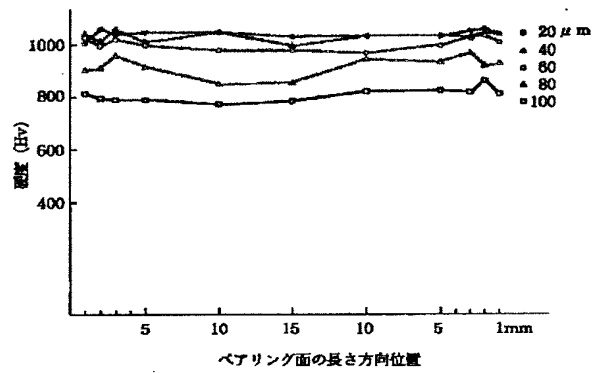
【図2】 本発明実施例で窒化処理された鋼製ダイスの硬度分布

【図3】 塩化ビニル樹脂を使用しない比較例で窒化処理された鋼製ダイスの硬度分布

【図1】



【図2】



【図3】

